

SINTESIS NANOPARTIKEL SERAT RAMI DENGAN METODE ULTRASONIKASI UNTUK APLIKASI FILLER BIONANOKOMPOSIT

D. Kurniawan, S. Nikmatin^{*}, A. Maddu

Departemen Fisika, Divisi Fisika Terapan, FMIPA, Institut Pertanian Bogor

**e-mail: sitinikmatin@yahoo.co.id*

ABSTRACT

Synthesis of nanoparticles was obtained from the hemp fiber ultrasonic method. Nanoparticles hemp fiber is used as bio-nanocomposite Ultrasonic method of hemp fiber was done with the time variations of surfactant tween 80 3 % as many as 10 samples and 0 % as much as 3 samples. All samples were tested with the Particle Size Analyzer (PSA) to determine the size distribution. The smallest sized fiber was obtained from 105 min sonication with 3 % tween 80, the size is 229.04 nm. Hemp fiber size with concentration of tween 80 3 % smaller than the concentration of Tween 80 0 %. Hemp fibers with nanometer- size 229.04 has a density of 1.1727 g cm⁻³ is smaller than 7500 nanometers in size hemp fibers with a density of 1.7083 g cm⁻³. Results of X - ray Diffraction (XRD) showed the smallest size hemp fiber hemp is a cellulose fiber , characterized by their crystal phase cellulose is at 22.76 degrees diffraction angle with the degree of crystallinity 21.3727 % .

Keyword: hemp fiber, ultrasonic, nanoparticles

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis nanopartikel serat rami dengan metode ultrasonikasi yaitu pembuatan nanopartikel serat rami dengan gelombang ultrasonik untuk aplikasi filler bionanokomposit dengan tujuan meningkatkan karakteristik sifat fisiknya. Serat rami diultrasonikasi dengan variasi waktu dan dua variasi surfaktan tween 80 3% sebanyak 10 sampel dan 0% sebanyak 3 sampel. Semua sampel diuji dengan Particle Size Analyzer (PSA) untuk mengetahui sebaran ukurannya. Serat rami terkecil berukuran 229.04 nanometer didapat dari hasil sonikasi 105 menit dengan tween 80 3%. Pengukuran kerapatan menunjukkan tren penurunan kerapatan seiring dengan penurunan ukuran partikel. Serat rami dengan ukuran 229.04 nanometer memiliki kerapatan 1.1727 g cm⁻³ lebih kecil dibandingkan serat rami ukuran 7500 nanometer dengan kerapatan 1.7083 g cm⁻³. Hasil X-ray Diffraction (XRD) serat rami ukuran terkecil memperlihatkan serat rami masih berupa selulosa, dicirikan dengan fasa kristal milik selulosa yang berada pada sudut difraksi 22.76 derajat dengan derajat kristalinitas 21.3727%.

Kata kunci: serat rami, ultrasonikasi, nanopartikel

PENDAHULUAN

Bionanokomposit merupakan material lanjut (*advanced material*) yang salah satu atau semua komponennya terbuat dari bahan hayati¹ dan salah satunya memiliki ukuran berskala nanometer (10^{-9} meter). Teknologi ini berguna untuk meningkatkan sifat individu bahan dalam hal kekuatan, struktur dan stabilitas sehingga nantinya material yang baru akan memiliki kualitas yang lebih baik dibandingkan material penyusunnya.² Perbedaan nanopartikel dengan material sejenis yang lebih besar adalah dengan ukurannya yang kecil, material nanopartikel memiliki perbandingan luas permukaan dan *volume* yang lebih besar. Ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan karena atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain. Selain itu, hukum yang berlaku didominasi hukum fisika kuantum.³

Secara umum, ada dua metode yang digunakan dalam sintesis nanopartikel yaitu *top-down* dan *bottom-up*. *Top-down* adalah sintesis partikel berukuran nano secara langsung dengan memperkecil material besar lewat penggerusan. *Bottom-up* adalah menyusun atom-atom atau molekul-molekul hingga membentuk partikel berukuran nanometer menggunakan teknik sol-gel, presipitasi kimia dan aglomerasi fasa gas.⁴

Bionanokomposit terdiri atas matriks (pengikat) dan *filler* (penguat). Fungsi nanoteknologi di sini adalah untuk memperkecil ukuran *filler*. Ukuran partikel *filler* yang kecil akan memperluas permukaan *filler* sehingga interaksi *filler* dan matriks meningkat. Interaksi tersebut mampu mereduksi mobilitas polimer sebagai matriks sehingga meningkatkan kekuatan komposit dibanding ukuran yang lebih besar.⁵ Pemilihan rami (*Boehmeria nivea* (L.) Gaud) sebagai *filler* berukuran nanometer didasarkan karena serat rami memiliki kandungan selulosa dan kekuatan tarik yang tinggi dibanding serat alam lainnya. Selain itu, serat rami juga tahan terhadap kelembaban dan bakteri, tahan terhadap panas, lebih ringan dibanding serat sintetis dan ramah lingkungan.⁶

Ultrasonikasi adalah teknik penggunaan gelombang ultrasonik terutama gelombang akustik dengan frekuensi lebih besar dari 20 kHz. Aplikasi gelombang ultrasonik yang terpenting adalah menimbulkan efek kavitasi akustik. Efek ini banyak dimanfaatkan dalam pembuatan partikel berukuran nanometer.⁷ Ketika gelombang ultrasonik menjalar pada fluida, terjadi siklus rapatan dan regangan. Tekanan negatif yang terjadi selama regangan menyebabkan molekul dalam fluida tertarik dan terbentuk kehampaan kemudian membentuk gelembung yang akan menyerap energi dari gelombang ultrasonik. Akibat energi yang diserap lebih besar dari energi yang keluar, gelembung memuai sampai ukuran kritis (ukuran resonan) yang bergantung pada fluida dan frekuensi suara. Dalam kondisi ini, gelembung tidak dapat lagi menyerap energi secara efisien.⁸ Tanpa energi input, gelembung tidak dapat mempertahankan dirinya, fluida di sekitarnya akan menekannya dan gelembung akan mengalami ledakan hebat, yang menghasilkan tekanan sangat besar hingga dianalogikan dengan tekanan di dasar lautan dan suhu yang sangat tinggi dianalogikan dengan suhu pada permukaan matahari. Ledakan gelembung tersebut

menaikkan temperatur lokal hingga 5000 K dan tekanan 1000 atm. Kondisi ekstrim tersebut menyebabkan terjadinya pemutusan ikatan kimia sehingga partikel menjadi lebih kecil. Gelembung inilah yang disebut sebagai gelembung kavitasi.⁸

EKSPERIMENTAL

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi serat rami, akuades dan Tween 80. Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi neraca analitik, gelas kimia, *electromagnetic stirrer*, *electromagnetic shaker*, *hotplate*, pipet *volumetrik*, sudip dan termokopel. Alat yang digunakan untuk karakterisasi adalah peralatan ultrasonikasi, *Particle Size Analyzer* (PSA), piknometer 25 ml dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

Penelitian ini diawali dengan menggiling serat rami hasil dekortikasi dengan mesin *pen disk milling*. Ukuran yang dihasilkan sekitar 40 mesh. Serat rami diayak (*shaker*) dengan *electromagnetic shaker* dan menghasilkan variasi ukuran mulai dari yang paling besar hingga yang paling kecil berurutan dari ayakan paling atas. Ukuran yang tekecil (75 μm) digunakan dalam proses selanjutnya yaitu ultrasonikasi.

Serat rami yang telah diayak dengan ukuran 75 μm ditimbang sebanyak 5 gram tiap sampel dan dibuat 13 sampel. Serat rami 5 gram dicampur dengan akuades 40 ml ke dalam gelas ukur berukuran 100 ml dan dipanaskan 100°C selama 2 jam dengan *hotplate* disertai penggunaan *magnetic stirrer* dengan putaran 400 rpm. Serat rami diultrasonikasi dengan 10 variasi waktu dengan waktu awal 15 menit dan seterusnya kelipatan 15 menit disertai penambahan surfaktan Tween 80 3%. Tiga sampel lainnya diultrasonikasi tanpa penambahan surfaktan dengan variasi waktu mengikuti 3 ukuran terbaik hasil variasi waktu disertai penambahan surfaktan. Variasi waktu sonikasi yang digunakan digambarkan pada Tabel 1.

Tabel 1 Variasi waktu ultrasonikasi dan penambahan surfaktan

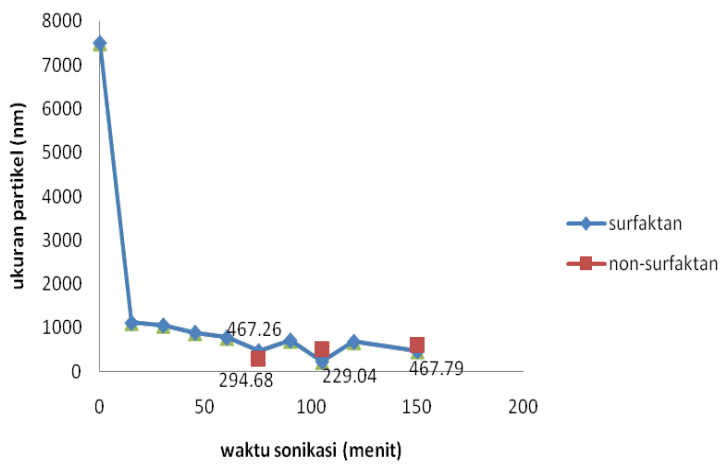
| No | Variasi waktu (menit) | |
|----|-----------------------|--------------|
| | Surfaktan 3% | Surfaktan 0% |
| 1 | 0 | - |
| 2 | 15 | - |
| 3 | 30 | - |
| 4 | 45 | - |
| 5 | 60 | - |
| 6 | 75 | 75 |
| 7 | 90 | - |
| 8 | 105 | 105 |
| 9 | 120 | - |
| 10 | 150 | 150 |

Karakterisasi PSA dilakukan untuk mengetahui sebaran ukuran dari serat rami yang telah diultrasonikasi. Pengujian kerapatan dilakukan dengan alat piknometer untuk mengukur kerapatan dari sampel serat rami yang telah diultrasonikasi. Karakterisasi kristalografi dan struktur kristal serat rami dilakukan untuk mengetahui apakah sampel serat rami yang telah diultrasonikasi masih berupa selulosa, mengetahui kristalinitas dan bentuk kristalnya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Ukuran serat hasil sonikasi

Semakin lama waktu sonikasi, ukuran serat rami semakin kecil (Gambar 1). Serat rami dengan penambahan surfaktan dari waktu sonikasi 15 menit hingga 105 menit, ukurannya relatif mengalami penurunan dari 7500 nm ke 467,26 nm. Serat rami terkecil didapat dari waktu sonikasi 105 menit yaitu 229.04 nm. Untuk serat rami tanpa disertai penambahan surfaktan, hanya menggunakan tiga sampel dengan variasi waktu ultrasonikasi diambil dari tiga waktu sonikasi yang menghasilkan ukuran serat terkecil disertai penambahan surfaktan. Ukuran terkecil berada pada waktu sonikasi 75 menit yaitu 294.68 nm sedangkan ukuran terbesar berada pada waktu sonikasi 150 menit yaitu 608.89 nm. Ada peningkatan ukuran seiring dengan waktu sonikasi. Ketika dibandingkan dengan serat rami disertai surfaktan, pada waktu sonikasi 75 menit serat rami non-surfaktan mengalami pengecilan ukuran dari 467.26 nm menjadi 294.68 nm. Waktu sonikasi 105 menit mengalami kenaikan ukuran dari 229.04 nm menjadi 510.52 nm. Begitu pula pada waktu sonikasi 150 menit, terjadi kenaikan ukuran dari 467.79 nm menjadi 608.89 nm.



Gambar 1 Hubungan waktu sonikasi dan ukuran serat rami

Menurut Pinjari dan Panjit (2010), besarnya energi sebanding dengan banyaknya intensitas gelembung yang pecah saat kavitasi. Maka dari itu semakin lama material selulosa mengalami sonikasi, semakin besar destruksi yang ditimbulkan akibat besarnya energi yang dilepaskan sehingga ukurannya semakin kecil.

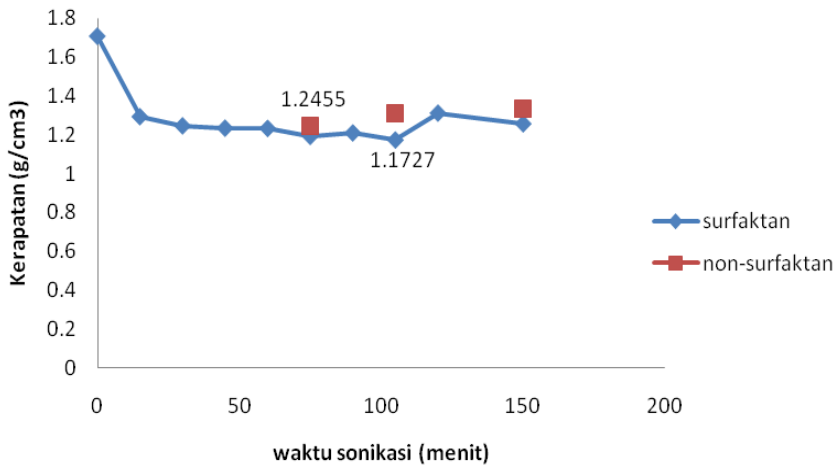
Penggunaan surfaktan pada proses ultrasonikasi menyebabkan partikel serat rami yang dihasilkan lebih kecil dari serat rami non-surfaktan. Ukuran partikel koloid biasanya akan terus bertambah selama masih ada sisa atom prekursor di dalam larutan tersebut, maka perlu dilakukan deaktivasi permukaan koloid yang telah dibuat salah satunya menggunakan surfaktan. Molekul surfaktan akan menempel pada permukaan koloid yang dibuat dan melindungi permukaan tersebut dari penambahan atom prekursor meskipun masih ada atom prekursor yang belum terisi.⁹

Pada pengukuran PSA, diameter serbuk partikel diukur dalam media cair yang terdispersi dalam dispersan. Kondisi dispersi ini sangatlah mempengaruhi pembacaan PSA. Selain itu, proses pengeringan yang kurang sempurna menjadikan serat rami tidak terdispersi sempurna pada dispersan akuades sehingga terjadi penggumpalan. Penggumpalan menyebabkan ukuran partikel menjadi tidak konsisten dan bisa menyebabkan partikel terbaca lebih besar pada pengujian PSA.¹²

Kerapatan

Hasil kerapatan yang diperoleh (Gambar 2) menunjukkan kecenderungan penurunan kerapatan seiring dengan penurunan ukuran serat rami. Serat rami dengan ukuran terbesar (75 μm) tanpa sonikasi memiliki kerapatan terbesar yaitu 1.7083 g cm^{-3} . Hasil tersebut berada di atas kerapatan serat rami hasil penelusuran literatur sebesar 1.5 g cm^{-3} . Semakin kecil ukuran serat rami, semakin kecil pula kerapatannya. Hal ini terlihat dari kerapatan milik serat rami dengan ukuran terkecil 229.04 nm yaitu 1.1727 g cm^{-3} menjadi kerapatan yang terkecil dibandingkan kerapatan milik serat rami dengan ukuran yang lebih besar. Perbedaan cukup besar terlihat antara serat rami disertai penggunaan surfaktan dan serat rami non-surfaktan dimana kerapatan milik serat rami disertai surfaktan lebih kecil. Kerapatan milik serat rami non-surfaktan juga mengalami penurunan kerapatan seiring dengan penurunan ukuran partikel. Serat rami dengan ukuran 294.68 nm memiliki kerapatan yang paling kecil yaitu 1.2455 g cm^{-3} . Serat rami dengan ukuran terbesar yaitu 608.89 nm memiliki kerapatan terbesar yaitu 1.3341 g cm^{-3} .

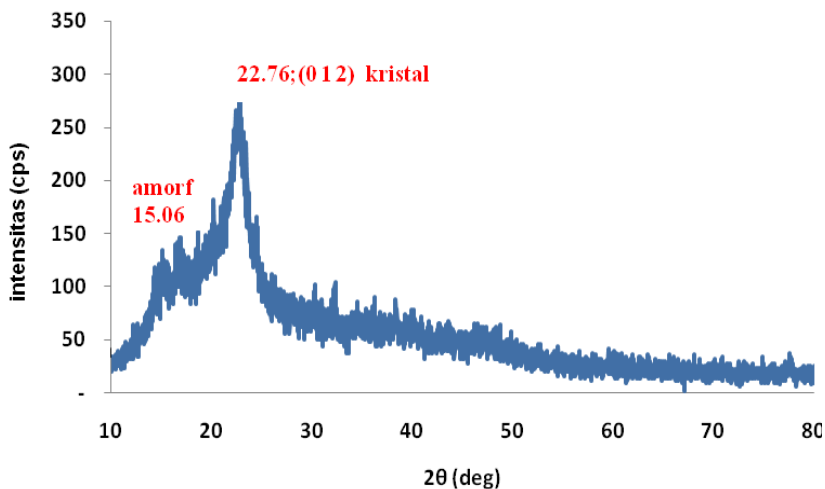
Penurunan kerapatan terjadi karena partikel yang mendekati ukuran nanometer memiliki luas permukaan yang besar sehingga meningkatkan volumenya. Hal ini sangat berpengaruh pada penurunan kerapatan serat rami.



Gambar 2 Hubungan waktu sonikasi dan kerapatan serat rami

Kristalografi

Dari grafik difraksi sinar-X (Gambar 3), dapat dilihat terbentuknya dua puncak pada sudut 2θ antara 10 derajat hingga 80 derajat. Satu puncak yang paling tinggi menandakan fase kristal yang dimiliki oleh selulosa pada sudut difraksi 22.76 derajat. Sedangkan puncak pertama di sudut difraksi 15.06 derajat adalah amorf milik hemiselulosa dan lignin.



Gambar 3 Pola XRD serat rami ukuran 229,04 nm

Hal tersebut tidak jauh berbeda dengan hasil XRD dari selulosa bagas tebu pada penelitian Orchidea Rachmaniah *et al.* (2009) yang menyimpulkan bahwa adanya selulosa ditandai dengan puncak tertinggi pada sudut $2\theta = 22.4$ derajat yang berfase kristal sedangkan puncak pertama pada sudut $2\theta = 18.7$ derajat yang berfase amorf yang dimiliki oleh senyawa lain selain selulosa (hemiselulosa dan lignin)¹⁰. Penelitian Li Lui *et al.* (2009), menyebutkan bahwa selulosa bersifat kristal sedangkan hemiselulosa dan lignin bersifat amorf. Kandungan zat amorf pada sampel dapat mempengaruhi besar kecilnya kristalinitas. Hemiselulosa dan lignin yang telah dihilangkan, dapat meningkatkan kristalinitas dari sampel tersebut.¹¹

Selain itu, dari hasil pencocokan dengan data JCPDS puncak-puncak yang muncul pada pola difraksi serat rami ukuran 229.04 nm yaitu pada $2\theta = 22.76$ derajat menunjukkan adanya fase kristal milik selulosa. Dari perbandingan tersebut, dapat diklaim bahwa hasil XRD serat rami yang telah dilakukan membuktikan adanya selulosa.

Nilai derajat kristalinitas yang diperoleh untuk sampel serat rami adalah 21.37%. Derajat kristalinitas yang rendah disebabkan karena sampel masih berupa lignoselulosa dimana masih terkandung lignin dan hemiselulosa yang berfase amorf selain selulosa. Kandungan lignin dan selulosa berpengaruh pada derajat kristalinitas dari serat rami. Seperti diketahui pada penelitian Li Lui *et al.* (2009), jika kandungan zat amorf dihilangkan dari sampel akan meningkatkan derajat kristalinitasnya.

SIMPULAN

Ultrasonikasi adalah salah satu metode yang terbukti bisa memperkecil ukuran partikel serat rami ke dalam orde nanometer. Hasil PSA menunjukkan ukuran terkecil serat rami didapat pada waktu ultrasonikasi 105 menit dengan penambahan surfaktan tween 80 dengan konsentrasi 3% yaitu 229.04 nm.

Hasil analisis kerapatan menunjukkan penurunan kerapatan serat rami seiring dengan penurunan ukuran partikel. Serat rami dengan ukuran terkecil 229.04 nm memiliki kerapatan terkecil yaitu 1.1727 g cm⁻³. Jauh menurun dibanding kerapatan serat rami sebelum diultrasonikasi yaitu 1.7083 g cm⁻³. Penggunaan surfaktan tween 80 dapat menurunkan kerapatan serat rami. Hal ini terbukti dengan lebih besarnya kerapatan serat rami non-surfaktan dibandingkan dengan serat rami disertai penggunaan surfaktan.

Hasil XRD memperlihatkan bahwa serat rami yang telah mengalami pengecilan ukuran dengan proses ultrasonikasi merupakan selulosa. Hal ini dicirikan oleh fase kristal milik selulosa pada puncak grafik dengan sudut difraksi 22.76 derajat dan fase amorf milik hemiselulosa dan lignin pada puncak grafik dengan sudut difraksi 15.06 derajat dengan derajat kristalinitas 21.3727%.

DAFTAR PUSTAKA

- 1 Subitanto B, Suryanegara L, Yano H. Peranan Bio-Nano Komposit Dalam Industri di Masa Depan. UPT BPP Biomaterial-LIPI. 2006.
- 2 Arryanto Y, Amini S, Rosyid MF, Rahman A, Arstanti P. Iptek nano di Indonesia. Deputi Bidang Riptek. Kementrian Negara Riset dan Teknologi. 2007.
- 3 Rahman R. Pengaruh proses pengeringan, anil dan hidrotermal terhadap kristalinitas nanopartikel TiO₂ hasil proses sol-gel. [skripsi]. Depok: Fakultas Teknik Departemen Metalurgi dan Material, Universitas Indonesia; 2008.
- 4 Dutta J, Hofmann H. *Nanomaterials*. E-book. 2003; 37-39.
- 5 Hadiyawarman, Rijal A, Nuryadin BW, Abdullah K, Khairurrijal. Fabrikasi material nanokomposit superkuat, ringan dan transparan menggunakan metode simple mixing. *J Nanosains & Nanoteknologi* 2008; 1:1.
- 6 [Kemhan]. Badan Penelitian Dan Pengembangan, Kementrian Pertahanan. *Rami Tanaman Asli Indonesia Untuk Meningkatkan Kemandirian Kebutuhan Alat Pertahanan*. 2011. <http://www.balitbang.kemhan.go.id/?q=content/rami-tanaman-asli-indonesia-untuk-meningkatkan-kemandirian-kebutuhan-alat-pertahanan>. [16 Juni 2012].
- 7 Nakahira A, Nakamura S, Horimoto M. Synthesis of Modified Hydroxyapatite (HAP) Substituted with Fe Ion for DDS Application. Osaka: *IEEE Transactions on Magnetic* 43(6); 2007: 2465-2467.
- 8 Hapsari BW. Sintesis nanosfer berbasis ferrofluid dan poly lactic acid (PLA) dengan metode sonikasi [skripsi]. Bogor: Departemen Kimia, Institut Pertanian Bogor; 2009.
- 9 Abdullah, Mikrajuddin, Virgus Y, Nirmin, Khairurrijal. Review : Sintesis nanomaterial. *J Nanosains & Nanoteknologi* 2008; 3:2.
- 10 Rachmaniah O, Febriyanti LS, Lazuardi K. Pengaruh liquid hot water terhadap perubahan struktur sel bagas. *Prosiding Seminar Nasional XIV - FTI-ITS* 2009.
- 11 Lui L, Sun J, Li M, Wang S, Pei H, Zhang J. Enhanced enzymatic hydrolysis and structural features of corn stover by FeCl₃ pretreatment. *Sciencedirect* 19: 2009.
- 12 Nikmatin, S. Bionanokomposit *filler* nanopartikel serat kulit rotan sebagai material pengganti komposit sintetis *fiber glass* pada komponen kendaraan bermotor [disertasi]. Bogor: Departemen Fisika Institut Pertanian Bogor; 2012.